

以半連續式微波處理廢土中放射性物質之研究

期中報告

計劃編號：NSC 89-TPC-7-032-001

執行時間：88 年 8 月 1 日號至 89 年 7 月 31 日

計劃主持人：許道平 淡江大學水資源及環境工程學系

共同主持人：門立中 核能研究所

行政院國家科學委員會

89 年度電力科技產業學術合作研究計劃

以半連續式微波處理廢土中放射 性物質之研究

期中報告

中華民國 89 年 2 月

中文摘要

本研究之目的為瞭解廢土中核種吸附特性，開發並建立實驗用先導型模廠，研發經濟實用之核種去除技術。(1) 延續上年度之研究成果，尋求微波處理條件之最佳化(2) 建立實驗用微波先導型模廠(3) 模擬土樣及真實樣品之測試，落實核種去除技術之實用性。本研究之實驗結果顯示，微波處理之最佳條件為：固液比為 1:10，草酸銨 0.5M 溶液萃取在 100% 功率 (600W) 下 15 分鐘重複兩次，且以微波清洗即可，去除效率鈷為 72.37%，另由以飛灰作為模擬土樣半連續式模廠進行微波萃取步驟，由金屬之溶出結果可確定此先導型模廠之可行性。

關鍵詞：先導型模廠，核種，微波

Abstract

The goals of this study are to characterize the absorption of radionuclides on waste soil and to remove these radio-metal from contaminated soil by semi-continuous microwave pilot processes. This study will concentrated on the application of household microwave oven for chemical extraction of radionuclides (i.e. ^{60}Co , ^{137}Cs) in soil. The various experimental condition (microwave power, inorganic reagents, chelating reagent, extraction time, and extraction sequences) will be optimized to improve the removal efficiency. The microwave treatment has advantages of simple operation, decrease processing time and low cost equipment required.

Keywords : soil pollution, microwave treatment, radionuclides removal

目錄

第一章 緒論.....	1
第二章 文獻回顧.....	3
第三章 實驗設備及方法.....	5
3.1 土壤樣品之製備及特性.....	5
3.2 飛灰測試樣品之製備.....	7
3.3 藥劑.....	7
3.4 儀具設備.....	9
3.5 研究方法.....	10
3.6 萃取方法.....	10
3.6.1 最佳處理條件之萃取方法.....	10
3.6.2 模擬土樣測試萃取方法.....	12
第四章 實驗結果及討論.....	15
4.1 微波處理條件最佳化實驗.....	15
4.2 微波功率測試.....	22
4.3 決定安全操作範圍.....	22
4.4 微波材質試驗.....	22
4.5 模擬土樣測試.....	24

第五章 結論.....	26
參考文獻.....	27

第一章 緒論

核能發電設施於運轉期間產生之廢水接觸周遭土壤而產生放射性物質的污染，經 γ 射線偵測主要污染核種為 Co^{60} 及 Cs^{137} (其中之 Co^{60} 半衰期為5.3年，係出自於不鏽鋼材中鐵、鎳等金屬活化後之腐蝕並隨廢水排出)。放射性污染之土壤多屬於低放射活度等級，然為防範放射核種流釋進入環境造成生物傷害，目前惟有暫存一途，將污染土壤貯存於鐵桶，多年累積數量龐大，但可儲存位置有限，需及早找出處理方法。

依照底泥脫附重金屬之研究，由於放射性核種與重金屬同位素在物理及化學上之性質相同，因此研究底泥之方法可實施於放射性污染廢土⁽¹⁾，然而後者於研究過程須相當謹慎，為避免污染擴散不宜貿然的引用一般之廢土清洗技術，有必要逐步的研究建立安全可靠的數據及技術等資料，此外，因為放射性核種對人體的傷害甚大，為減少處理人員接觸樣品的機會，也是研究過程中應特別注意之方向。核電廠產生之污染廢土其數量龐大但活度甚低，目前暫存廠內造成相當的經濟負荷，廢土未來之處理方式受到各種層面之影響

如政策、經濟及技術等等，若就最單純的之技術層次，廢土應及早建立核種釋出潛勢資料及研發清洗技術。

廢土之處理有兩個不同的方向，一為安定化，將核種固定於物理及化學性質俱穩定之結構母體中，另一為去除廢土中核種，以適當之萃取劑脫附其核種。安定化將增加廢料量，去除核種則獲得廢土減量效果，例如經處理污染低於法規限度之廢土，可再應用於建築回填及種植等方面。

波長 2450 MHz 之微波，家用之用途早為大眾接受，用於化學分析實驗近年受到重視與推廣⁽²⁾⁽³⁾。微波應用於廢土處理具有操作簡單、時間大幅縮短等優點，其處理效果經與長時間攪動及長期固定床淋洗比較，達到相同的去除效率⁽⁴⁾；若與高溫揮發⁽⁵⁾、植物吸收⁽⁶⁾等技術比較則具有作業安全與時效之優點。由於微波便於傳統之處理技術其用於廢土減量突顯其重要性。本研究延續前期計畫所得之結果，持續微波萃取條件之最佳化，及進行萃取程序之半自動化研究。

第二章 文獻回顧

鈷是一種堅硬的、具有銀白色光澤的金屬，鈷元素在元素週期表中是第 27 號元素，屬於週期表中第 VIII B 族的鐵族元素，有明顯的磁性，鈷只有一個穩定的同位素 ^{59}Co ，放射性同位素 ^{60}Co 是人工合成的。1735 年由瑞典的 Brandt 從輝鈷石中還原發現鈷，目前已證實鈷對藍藻和微生物以及豆科植物的固氮作用是必須的，也是動物和人體不可缺少的微量元素，然而是否為所有高等植物並尚未定論，由於鈷的合金在高溫下仍能保持其原有的強度、膨脹係數為零及其他一些有價值的特性，所以被廣泛應用於航空工業及其他在高溫運轉的裝置上。

目前實驗性之核種去除技術有藥劑萃取、電動力萃取⁽¹⁰⁾及高溫揮發⁽⁵⁾等，高溫操作溫度為 1000°C ， ^{137}Cs 去除率可達 99%，電動力萃取特點為現地處理，1 星期長期處理 ^{137}Cs 活度可減少 62%，藥劑萃取操作溫度在 100°C 以下，時間在小時等級，相較於前兩種技術顯然具有經濟之優點。萃取劑之選用為影響萃取效果之重要因子，過去使用萃取劑的經驗可作為實驗參考，如草酸銨、醋酸銨、EDTA 等等，藥劑萃取核

種之機制由過去的研究已可認定。

萃取過程需要加熱以保持萃取效率，微波加熱可大幅減少加熱時間，由過去研究可知微波萃取與恆溫振動及索氏萃取相比，三者之回收率相等但微波節省許多時間，微波處理廢料有遙控操作、省能源、同一處理系統可產生高低溫度之優點，然而污染調查時仍採傳統加熱方法，因微波萃取取代傳統萃取尚需驗證。

污染土壤之萃取藥劑的選擇亦可由前期研究成果得知⁽¹⁹⁾，最佳萃取條件為：固液比為 1：10，草酸銨 0.2M 溶液萃取在 100% 功率下 15 分鐘重複兩次，且以微波清洗即可，去除效率分別為鈷 58% 及鉍 56% 。

第三章 實驗設備及方法

3.1 土壤樣品之製備及特性：

污染廢土之放射性核種非土壤原有，調查土壤之污染特性是去除技術的先期工作之一，包括土壤之粒徑分析、酸鹼值、陽離子交換能力、含水率及有機質，分別敘述如下：

- (1) 粒徑分析：土壤樣品以 Tyler 標準篩(4、10、30、40、60、100、200 號篩)篩分做粒徑分析，以了解其粒徑分佈的情況。根據美國 ASTM 標準，4 號篩以上為礫石，4 至 200 號篩為砂，200 號篩以下為粉砂及黏土。
- (2) 含水率：按照環保署標準方法(NIEA S280.60T)(23)，先將稱量瓶置於 105°C 的烘箱烘乾 2 小時，並於使用前稱重，精秤至 1mg。各取適量樣品土壤(約 5 至 10g)，放入已知重量之稱量瓶內，精秤至 1mg 後置於 105°C 的烘箱加熱 24 小時，冷卻至室溫後稱重。將樣品再放入 105°C 的烘箱加熱 2 小時，冷卻至室溫後稱重，重複此步驟直至與前重量差小於 5mg 為止。將結果代入下面公式即可得知水分含量：

$$\text{水分含量 } W_d = \frac{W_1 - W_2}{W_2 - W_c} \dots \dots \dots (3-1)$$

W1：土壤樣品+稱量瓶；送入烘箱前重(g)

W2：土壤樣品+稱量瓶；經 105°C 烘乾後之恆重(g)

W_c: 稱量瓶重(g)

- (3) 酸鹼值: 按照環保署標準方法(NIEA S410.60T)(24), 取 20 克土壤樣品加入 20mL 去離子水, 在 30 分鐘內攪拌數次後靜置 1 小時, 再以 pH meter 測之。
- (4) 陽離子交換能力: 按照環保署標準方法(NIEA S202.60A)(25), 取 4 克的土壤樣品放入離心管中, 加入醋酸鈉溶液 33mL 後充分攪拌, 放入離心機離心使土壤與溶液分離, 將溶液倒出, 重複上述步驟三次。加入異丙醇 33mL, 也是同樣離心後將溶液倒出, 重複二次。最後加入醋酸銨溶液 33mL, 但要將離心後的溶液保存下來, 重複二次。將這些保存下來的溶液以醋酸銨定量至 100mL, 以感應耦合電漿原子發射光譜儀 (LEEMAN, Model. PS 1000) 測定鈉離子濃度, 再將所得濃度代入下面的公式即可得陽離子交換容量:

$$\text{陽離子交換容量} \text{ (mg/100g)} = \frac{C \times V}{W / (1 + R)} \times 100 \quad \dots\dots(3-2)$$

C: 鈉離子濃度(M)

V: 結合洗滌液以中性 1M 醋酸銨溶液稀釋之最終體積 (mL)。

W: 稱取經風乾之土壤重(g)。

R: 風乾土壤之水份含量。

- (5) 有機質: 以 Elemental Analyzer (Carlo Erba Instruments, Model. EA1108, Made in Italy) 分析土

壤中有機碳，樣品處理為加入與樣品同體積的濃鹽酸，使之完全乾燥後，放入自動採樣器 (Autosampler)，以儀器分析之。加入 HCl 是為了使土壤中的碳酸鹽先反應生成 CO₂。

- (6) 前處理：首先需將土壤樣品均勻化，方法為使用粉粒均勻機 end-over-end shaker (Turbula, Made in Switzerland) 轉動六小時(26)，再以四分法將土壤均勻裝入 100mL 的塑膠瓶內，每瓶重 100 克，之後再以使用鍺半導體偵檢器的 γ 射線能譜儀 (Canberra 30% p-type HPGe ray spectrometer) 量測每一瓶的活度。

3.2 飛灰測試樣品之製備：

飛灰取自北投焚化場，置於乾燥箱內乾燥後，經研磨及過篩處理後，置於 PE 瓶中密封保存。

3.3 藥劑：

- (1) 試劑水：Milli-Q plus 及 Milli-R0 plus 30 處理系統，為逆滲透處理，導電度為 $18.3 \text{ M}\Omega \text{ cm}^{-1}$ ，(Millipore, U.S.A.)。
- (2) 濃硝酸(HNO₃)：65%，GA 級，(Riedel-de Hean, Germany)。
- (3) 醋酸(CH₃COOH)：0.11M，Ultra Pure 級。取 25mL 純醋酸以蒸餾水稀釋至 1L(0.43M)，再從此溶液取 250mL 以蒸餾水稀釋至 1L，(ALPS CHEM CO., LTD, U.S.A.)。

- (4) 氫氯化羥胺 (Hydroxylammomium Chloride): 0.1M ,
GR 級。取 6.95g 的氫氯化羥胺以蒸餾水稀釋 900mL ,
再以 HNO₃ 調 pH 值至 2 ,最後定量至 1L , (Nacalai
Tesque, Japan)。
- (5) 過氧化氫(H₂O₂): 30% , GA 級 , (Riedel-de Hean,
Germany)。
- (6) EDTA (Ethylene dinitrilotetraacetic acid
disodium salt dihydrate , C₁₀H₁₄N₂Na₂O₈ · 2H₂O) :
AR 級 , (FERAK, Germany)。
- (7) 醋酸鈉 (Sodium Acetate) (CH₃COONa) : 1M , GA 級。
取 82g 的醋酸鈉以蒸餾水稀釋至 900mL , 再以 HNO₃ 調
pH 值至 5 , 最後定量至 1L , (Riedel-de Hean,
Germany)。
- (8) 醋酸銨 (Ammonium Acetate) (CH₃COONH₄) : 1M , GA
級。取 77.08g 的醋酸銨 , 以蒸餾水稀釋至 900mL , 再
以 NaOH 調 pH 值至 7 , 最後定量至 1L , (Riedel-de Hean,
Germany)。
- (9) 草 酸 銨 (Ammonium oxalate-1-hydrate)
((NH₂)₂C₂O₄ · H₂O) : 0.2M , GA 級。取 45.6g 的草酸
銨 , 以蒸餾水稀釋至 900mL , 再以 HNO₃ 調 pH 值至 2 ,
最後定量至 1L , (Riedel-de Hean, Germany)。
- (10) 含 3%過氧化氫(H₂O₂)及 1%硫酸亞鐵 (FeSO₄) 之

Fenton 試劑：先取 30%過氧化氫 100mL，以蒸餾水稀釋至 900mL；另外取 10g 硫酸亞鐵，以蒸餾水定量至 100mL 並且充份地溶解；最後將上述 900mL 過氧化氫及 100mL 硫酸亞鐵水溶液混合。

3.4 儀具設備：

- (1) 六孔旋轉攪拌機(Rotary Agitator)：為土壤和藥劑攪拌用之旋轉裝置，轉速為 30 ± 2 rpm，(Associated Design and Manufacturing Company, U.S.A.)。
- (2) 廣口塑膠(PE)瓶：容積為 2 公升，瓶口直徑為 110mm(須先以 2% HNO₃ 酸洗)，(Associated Design and Manufacturing Company, U.S.A.)。
- (3) 抽濾過濾設備及濾紙：濾紙為 Whatman #GF/F 之玻璃纖維濾紙，直徑 110mm，(Whatman, England)。
- (4) 精密天平：Model. AE2000，可精秤至 0.1mg，(METTLER, Switzerland)。
- (5) 水浴加熱器：Model. 8911，溫度 70~100℃，電壓 110V (Precision Scientific Group, GCA corporation)。
- (6) 微波爐：為實驗專用之 CEM MDS-81D 微波爐，功率為 600W，頻率為 2450MHz，(CEM, U.S.A.)。
- (7) 使用鍺半導體偵檢器的 γ 射線能譜儀 (Canberra 30% p-type HPGe γ -ray spectrometer)：由偵檢器、電路、脈高分析儀、數據解析用電腦、屏蔽體所構成。

- (8) 粉粒均勻機 (End-over-end shaker) : (Turbula, Switzerland)。
- (9) 感應耦合電漿原子發射光譜儀 (ICP-AES) : Model. PS1000 (LEEMAN, Lowell, MA, U.S.A.)。
- (10) 線上輻射偵測儀 (Waste Curie Monitor) : 型號 : WCM-10PC, 1000HV, (National Nuclear Corporation, U.S.A.)。
- (11) 半連續式微波裝置 : 為家用之 Sampo MD-D0101 微波爐, 頻率 2450MHz, 設置如圖 1。

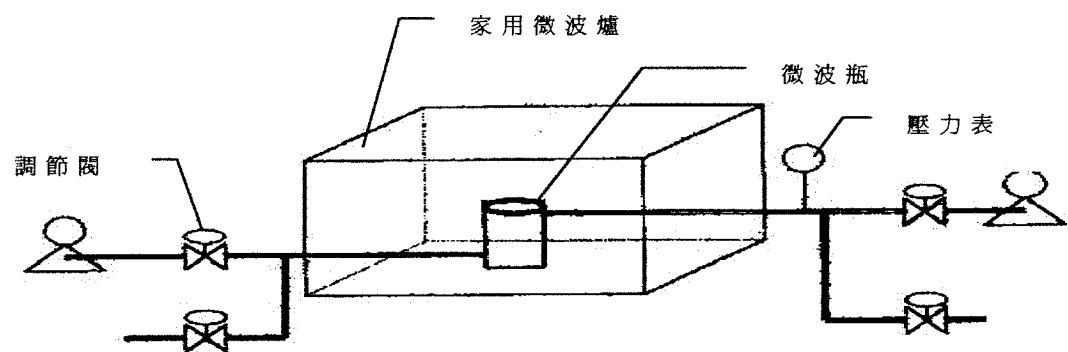
3.5 研究方法 :

- (1) 利用田口式直交法⁽²¹⁾, 完成批次微波處理條件之最佳化。
- (2) 連續式微波設備功率之測試。
- (3) 針對土壤之不同固液比, 尋求適當操作條件, 決定安全操作範圍。
- (4) 模擬土樣測試。

3.6 萃取方法 :

3.6.1 決定最佳萃取環境條件之萃取方法 :

本實驗之方法步驟為延續上一期計劃之結果, 以微波輔助富氏修正法萃取實驗為最佳萃取條件方法 :



圖一 半連續式微波裝置

取 100g 土壤樣品加入 1000mL, pH=2 的 0.2M 草酸銨萃取劑，立即置於微波系統內以功率 100% 時間 15 分鐘進行微波處理，微波結束後迅速以 0.45 μ m 的濾紙過濾，固液分離所得濾液保存於 PE 瓶內，過濾後的固體再加入 600mL 蒸餾水以手搖動 15 分鐘後，再以 0.45 μ m 的濾紙過濾，將固體樣品風乾後量測其活度。

3.6.2 模擬土樣測試萃取方法：

- (1) 以微波輔助 SM&T 萃取，取 5g 土樣加入 5mL 的 8.8M 過氧化氫，於微波系統內以功率 60% 時間 30sec 進行微波處理，再加入 5mL 的 8.8M 過氧化氫，重複上述步驟，微波結束後以 0.45 μ m 的濾紙過濾，所得濾液保存於 PE 瓶內，再加入 25mL 的 1M 醋酸銨，置於微波系統內以功率 60% 時間 30sec 進行微波，微波結束後以 0.45 μ m 的濾紙過濾，將所得濾液測其金屬離子濃度。
- (2) 以微波輔助泰司爾萃取實驗，取 1g 土樣加入 10mL 含 25%醋酸 的 0.04M 氫氯化銦銨萃取劑，置於微波系統內以功率 60% 時間 30sec 進行微波處理，結束後以 0.45 μ m 的濾紙過濾，所得濾液保存於 PE 瓶內，過濾後的

固體再加入 6mL 蒸餾水以手搖動 1 分鐘後，以 $0.45\ \mu\text{m}$ 的濾紙過濾，將所得濾液測其金屬離子濃度。

- (3) 以微波輔助富氏修正法萃取實驗，取 1g 土樣加入 10mL, pH=2 的 0.3M 草酸銨萃取劑，置於微波系統內以功率 60 % 時間 30sec 進行微波處理，結束後以 $0.45\ \mu\text{m}$ 的濾紙過濾，所得濾液保存於 PE 瓶內，過濾後的固體再加入 6mL 蒸餾水以手搖動 1 分鐘後，再以 $0.45\ \mu\text{m}$ 的濾紙過濾，將所得濾液測其金屬離子濃度。
- (4) 以微波輔助 EDTA 萃取實驗，取 1g 土樣加入 10mL, pH=2 的 0.1M EDTA 萃取劑，置於微波系統內以功率 60% 時間 30sec 進行微波處理，結束後以 $0.45\ \mu\text{m}$ 的濾紙過濾，所得濾液保存於 PE 瓶內，過濾後的固體再加入 6mL 蒸餾水以手搖動 1 分鐘後，再以 $0.45\ \mu\text{m}$ 的濾紙過濾，將所得濾液測其金屬離子濃度。
- (5) 以微波輔助 Fenton 萃取實驗，取 1g 土樣加入 10mL 的 Fenton 萃取劑，置於微波系統內以功率 60% 時間 30sec 進行微波處理，微波結束後迅速以 $0.45\ \mu\text{m}$ 的濾紙過濾，所得濾液保存於 PE 瓶內，過濾後的固體再加入 6mL 蒸餾水以手搖動 1 分鐘後，再以 $0.45\ \mu\text{m}$ 的濾紙過濾，

將所得濾液測其金屬離子濃度。

(6) 毒性特性溶出程序 (TCLP) 萃取實驗，依環保署公告方法 (NIEA R201.10T)。

(7) 以微波輔助 TCLP 萃取實驗，取 1g 土樣加入 10mL PH=2.88 之萃取溶液 B，置於微波系統內以功率 60% 時間 30sec 進行微波處理，結束後以 0.45 μ m 的濾紙過濾，所得濾液保存於 PE 瓶內，過濾後的固體再加入 6mL 蒸餾水以手搖動 1 分鐘後，以 0.45 μ m 的濾紙過濾，將所得濾液測其金屬離子濃度。

第四章 實驗結果及討論

1. 採用田口氏直交表法來設計微波處理條件最佳化實驗，考慮影響去除率的因子有萃取劑（草酸銨）濃度（0.05M, 0.2M 及 0.3M）、微波萃取時間（15 分鐘，20 分鐘及 25 分鐘）、清洗水量（300ml, 600ml 及 1000ml）及微波清洗時間（6 分鐘，10 分鐘及 15 分鐘），每個因子有三個水準，列於表 1，由此可設計出九組實驗以求得最佳之環境條件，如表 2 所示，由表 3 可知九組實驗中，第一組去除率最好為 65.62%，另由水準差異及圖 2，3，4，5 可得知甲因子（草酸銨濃度）影響較大，經方差分析如表 4，後亦發現甲因子特別顯著，其餘因子並無明顯影響，因此考慮增加草酸銨濃度至 0.5M，結果發現去除率可上升至 72.37%。因此最佳之處理條件為：草酸銨濃度為 0.5M、微波萃取時間為 15 分鐘、清洗水量為 600ml 及微波清洗時間為 15 分鐘。

表1 微波萃取土壤中放射性物質－鈷之L9(3⁴)因子條件水準表

因 子 水 準	甲.草酸銨濃度 (M)	乙.微波時間 (mins)	丙.清洗水量 (mL)	丁.微波清洗時間 (mins)
I	0.3	15	600	15
II	0.2	20	300	6
III	0.05	25	1000	10

表2 田口氏直交表法實驗設計

組別	甲因子	乙因子	丙因子	丁因子
1	I	I	I	I
2	I	II	II	II
3	I	III	III	III
4	II	I	II	III
5	II	II	III	I
6	II	III	I	II
7	III	I	III	II
8	III	II	I	III
9	III	III	II	I

*請參考表 1

表3 田口氏直交表法結果

組別	甲因子	乙因子	丙因子	丁因子	去除率(%)
1	I	I	I	I	65.62
2	I	II	II	II	56.47
3	I	III	III	III	64.51
4	II	I	II	III	56.12
5	II	II	III	I	59.61
6	II	III	I	II	57.12
7	III	I	III	II	39.06
8	III	II	I	III	35.01
9	III	III	II	I	35.33
水準 I 總和	186.60	160.80	157.75	160.56	
水準 II 總和	172.85	151.09	147.92	152.65	
水準 III 總和	109.40	156.96	163.18	155.64	
水準差異	77.20	9.71	15.26	7.91	
水準和	468.85	468.85	468.85	468.85	

*請參考表 1

表 4 L9(3⁴)變因方差分析表

組別	因子				回收率%	Rec-sqr
	草酸銨濃度 M(甲)	微波時間 min(乙)	清洗水量 mL(丙)	微波清洗時間 mins(丁)		
1	I	I	I	I	65.62	4305.9844
2	I	II	II	II	56.47	3188.8609
3	I	III	III	III	64.51	4161.5401
4	II	I	II	I	56.12	3149.4544
5	II	II	III	III	59.61	3553.3521
6	II	III	I	II	57.12	3262.6944
7	III	I	III	II	39.06	1525.6836
8	III	II	I	III	35.01	1225.7001
9	III	III	II	I	35.33	1248.2089
T1	186.60	160.80	157.75	157.07	總和	總和
T1-sqr	34819.56	25856.64	24885.06	24670.98	468.85	25621.4789
T2	172.85	151.09	147.92	152.65		
T2-sqr	29877.12	22828.19	21880.33	23302.02	24424.48	25621.4789
T3	109.40	156.96	163.18	159.13	(Vt)	(V1)
T3-sqr	11968.36	24636.44	26627.71	25322.36		
k-sqr/r	25555.01	24440.42	24464.37	24431.79		
(r=3)	(Va)	(Vb)	(Vc)	(Vd)		

表 4 (續) L9(3⁴)變因方差分析表

Qt=V1-Vt=1197.00 Qa=Va-Vt=1130.53 Qb=Vb-Vt=15.94 Qc=Vc-Vt=39.89 Qd=Vd-Vt=7.31						
Factor	SS	df	Mean-Sqr	F Value	F	重要性
甲	1130.53	2	565.27	154.70	F(0.95;2,2)=19.0	特別顯著
乙	15.94	2	7.97	2.18		
丙	39.89	2	19.94	5.46	F(0.90;2,2)=9.0	
丁	7.31	2	3.65	1.00		
(Error)	7.31	2	3.65			
Sum	1197.00	8				

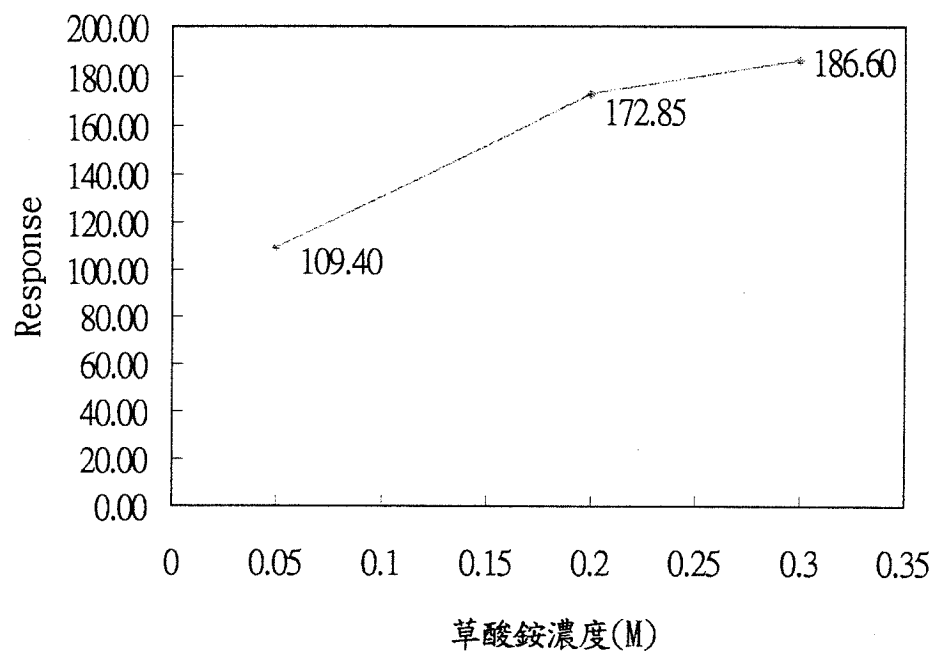


圖2 甲因子水準分布圖

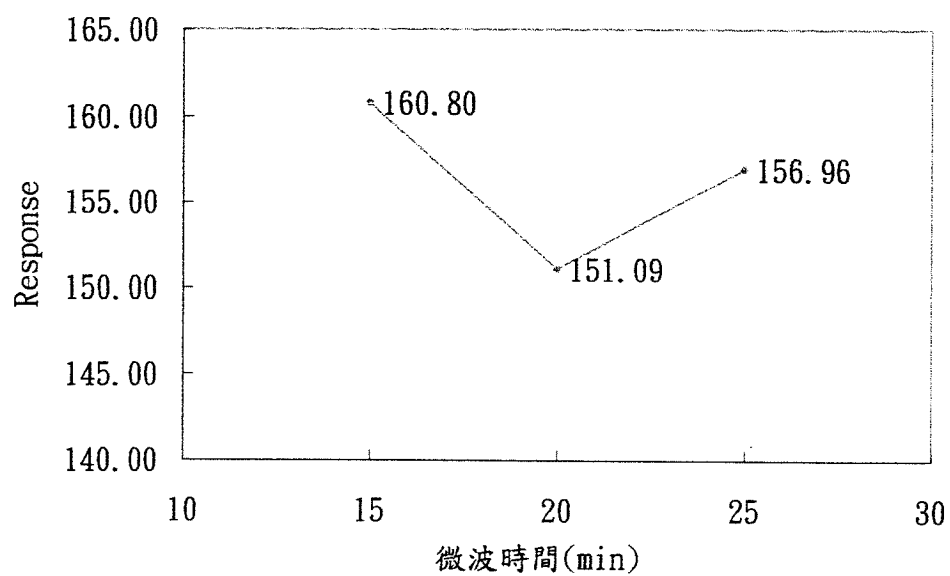


圖3 乙因子水準分布圖

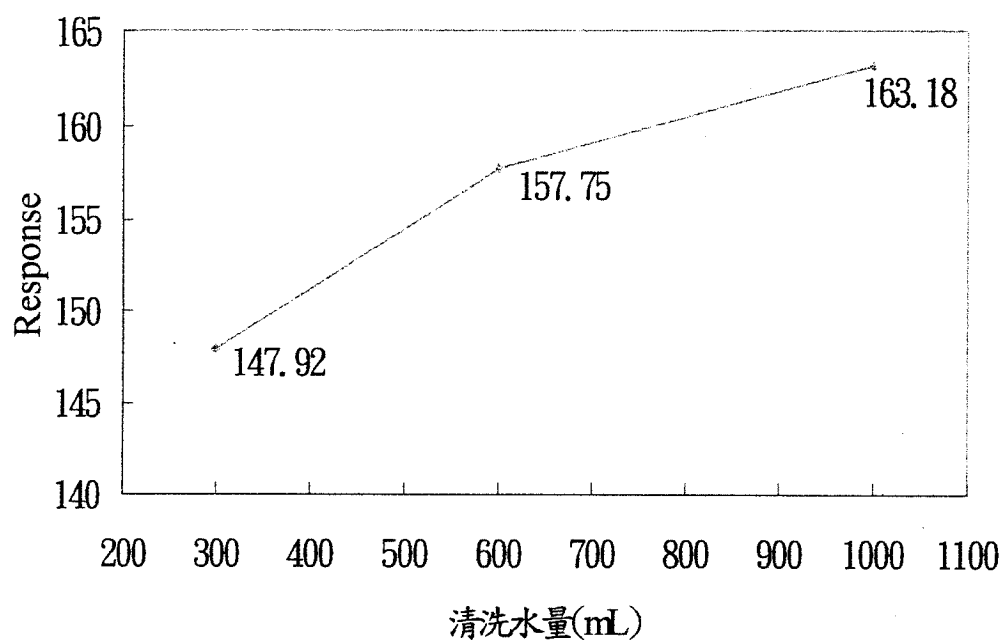


圖4 丙因子水準分布圖

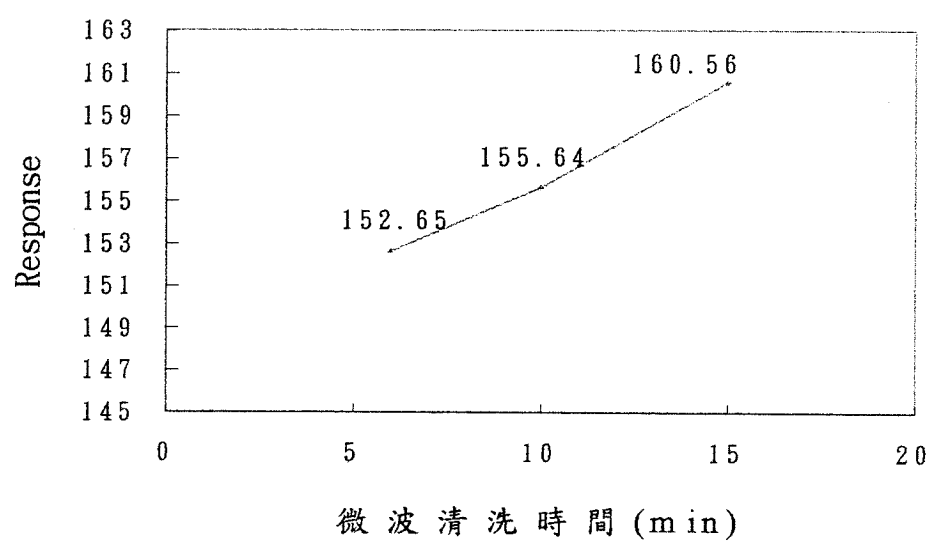


圖5 丁因子水準分布圖

2. 微波功率測試：使用 Sampo MD-D0101(振盪頻率：2450MHz)，移去旋轉盤底座，設定微波條件，100%功率 2 分鐘，以 1000 mL 鐵氟龍 (Teflon) 或聚丙烯 (Polypropylene) 杯子置入 1000 mL 去離子水，水溫須在 19°C 以下，使用溫度計量測溫度，此為初始溫度 T_i ，溫度計必須浸入液面中間，移去溫度計，小心將裝有 1000 mL 去離子水杯子，置入圓轉盤右前方。小心將微波爐門關閉，以避免水濺出，在微波結束後，立刻將杯子從微波爐移出，攪拌 15 秒，並立刻量測溫度，所量得溫度 T_f 為水之最後溫度，所量測功率瓦數 $= 35 (T_f - T_i)$ ，所量得 100%W 功率之值，須在 950 ± 50 W 之間，若不在此範圍則檢查原因，測試結果詳表 5，由表中可得知 MD-D0101 微波爐最大輸出功率 1187W，設定功率與實際輸出瓦數檢量線如圖 6 所示，所測得檢量線 R2 值為 0.99。
3. 決定安全操作範圍：前次研究採 600W，故本次研究選擇 60% (720W)，測試時採試劑體積 10cc，固液比 1：10，測試所得結果如表 6，樣品升溫趨勢如圖 7。
4. 實驗過程中亦採用各種材質作為微波裝置之試驗，但由多次試驗可知以 TEFLON 材質為最佳可提供足夠之耐熱及耐壓性質，故本實驗將以 TEFLON 為主要材質，進行實驗裝置的裝設。

表 5 MD-D0101 微波功率測試結果

設定功率 (%)	起始溫度 (°C)	最終溫度 (°C)	上升溫度 (°C)	實際瓦數 (W)	平均值 (W)
100	18.7	52.5	33.8	1183	1187
	18.8	53.0	34.2	1197	
	18.8	52.5	33.7	1180	
60	18.8	39.7	20.4	714	713
	18.8	39.7	20.3	714	
	18.7	39.0	20.3	711	
10	18.8	22.2	3.4	119	118
	18.9	22.2	3.3	116	
	18.8	22.2	3.4	119	

表6 升溫測試數據

Time (sec)	Temp (°C)	安全操作環境
0	18.0	Yes
10	37.7	Yes
20	61.5	Yes
30	69.8	Yes
40	77.8	Yes
50	99.7	No
60	100 ↑	No

5. 利用上述結果，進行模擬土樣測試，實驗結果如表 7，由所得資料可知各種萃取液對於不同金屬表現出不同的萃取效果，而由微波輔助 TCLP 及傳統 TCLP 萃取效果之比較，再一次驗證微波加熱方法有其優點，此外由實驗數據亦可確定此半連續式萃取裝置之可行性。

表 7 模擬土樣萃取結果

萃取方法	Cu (ppm)	Pb (ppm)	Zn (ppm)
微波輔助 SM&T	18.06	22.85	10.14
微波輔助泰司爾	1.14	48.44	1.37
微波輔助富氏修正法	23.77	0.63	10.65
微波輔助 EDTA	0.66	73.33	9.08
微波輔助 Fenton	0.05	10.23	7.53
TCLP 傳統萃取	0.13	46.01	8.88
微波輔助 TCLP	0.24	47.15	9.36

第五章 結論

1. 放射性核種 Co^{60} 之最佳微波處理條件為：固液比為 1：10，以草酸銨 0.5M 溶液萃取在 100% 功率下 15 分鐘重複兩次，且以微波清洗即可，去除效率 72.37%。
2. 由材質試驗可知，TEFLON 材質為最佳，可提供足夠之耐熱及耐壓性質，故本實驗以 TEFLON 為主要材質，進行實驗裝置的裝設。
3. 由模擬土樣測試，可知各種萃取液對於不同金屬表現出不同的萃取效果，亦可確定此半連續式微波萃取裝置之可行性。

參考文獻

1. Von Gunten, H.R. and P. Benes., "Speciation of Radionuclides in the Environment", *Radiochimica Acta*, Vol. 69, pp. 1-29, 1995.
2. Real C., R. Barreiro, and A. Carballeira, "The Application of Microwave Heating in Sequential Extraction of Heavy Metals in Estuarine Sediments", *Sci.Total Environ.*, Vol. 152, pp. 135-142, 1994.
3. Gulmini, M., G. Ostacoli, and V. Zelano, "Comparison Between Microwave and Conventional Heating Procedures in Tessier's Extraction of Calcium, Copper, Iron and Manganese in a Lagoon Sediment", *Analyst*, Vol. 119, pp. 2075-2080, 1994.
4. Hsu, Tau-Being, Ben-Li Pen, Lee-Chung Men and Ching-Ho Yang, "Characterization and Removal of Radionuclides from the Drainage Sediment", *WM'97*, Tucson, AZ, USA., 1997
5. Spalding, B. P., "Volatilization of Cesium-137 from Soil with Chloride Amendments during Heating and Vitrification", *Environ. Sci. & Technol.* Vol. 28, pp. 1116-1123, 1994.
6. 許道平，潘本立，"低放射性廢土及溝泥之污染特性與

- 核種去除”，第十三屆廢棄物處理技術研討會論文集，pp. 62-66，1998。
7. 廖自基，“微量元素的環境化學及生物效應”，中國環境科學出版社，北京，1992。
 8. 王云，魏復盛，“土壤環境元素化學”，中國環境科學出版社，北京，1995
 9. Tessier, A., P.G.C. Campbell, and M. Bisson, “Sequential Extraction Procedure for the Speciation of Particulate Trace Metals”, *Analytical Chemistry*. Vol. 51, No. 7, pp. 844-851, 1979.
 10. Prozorov, L. B., V. V. Martyanov, and M. Y. Chtcheglov, “ ^{137}Cs Removal from Contaminated Clay Soil by Electrokinetics”, *Waste Management Proc.* Tucson, AZ, U.S.A., 1997.
 11. Mester, Z., C. Cremisini, E. Ghiara, and R. Morabito, “Comparison of two sequential extraction procedures for metal fractionation in sediment samples”, *Analytica Chimica Acta*, Vol. 359, pp. 133-142, 1998.
 12. 羅文河，“比較家用微波爐萃取法與 Tessier、BCR 萃取法—萃取重金屬污染性土壤及底泥之研究”，淡江大學水資源及環境工程研究所碩士論文，1996。
 13. Zlotorzynski, A., “The Application of Microwave

Radiation to Analytical and Environmental Chemistry”,
Critical Reviews in Analytical Chemistry, Vol. 25, No.
1, pp. 43-76, 1995.

14. 科安企業有限公司，“MDS-2000/2100 微波樣品置備系統說明書”。
15. 財團法人中華民國輻射防護協會，“非醫用游離輻射防護講義”。
16. 陳俊榮，“核輻射度量偵檢器及核儀系統”，科儀新知，第四卷第一期，pp. 5-19，1982。
17. 鄭學興，“液態閃爍偵檢器”，科儀新知，第四卷第一期，pp. 20-23，1982。
18. 許彬杰，劉朝錦，劉邦政，陳義燦，季四海，“核輻射度量偵檢器及核儀系統”，科儀新知，第十二卷第一期，pp. 46-55，1990。
19. 許道平，藍得彰“以微波法處理土壤中放射性物質之研究”，87 年度電力科技產業學術合作研究計畫，1999。
20. 潘本立，許道平，“污染溝泥中 ^{60}Co , ^{137}Cs 去除技術之比較”，第十一屆廢棄物處理技術研討會論文集，pp. 360-365，1996。
21. 劉克琪，“實驗設計與田口式品質工程”，華泰書局，1991。